

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 965 576 A1

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:  
22.12.1999 Patentblatt 1999/51

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>: C07C 51/02, C07C 51/487,  
C07C 51/41

(21) Anmeldenummer: 99108046.6

(22) Anmeldetag: 23.04.1999

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: 04.05.1998 DE 19819884

(71) Anmelder:

- Metallgesellschaft Aktiengesellschaft  
60325 Frankfurt am Main (DE)
- Spezial Chemie Leuna GmbH & CO. KG  
06236 Leuna (DE)

(72) Erfinder:

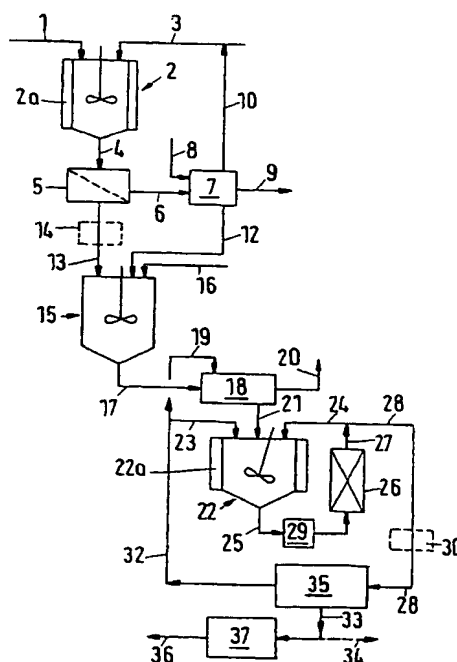
- Bönsch, Rudolf Dr.  
55299 Nackenheim (DE)
- Stein, Dieter  
65191 Wiesbaden (DE)
- Erb, Klaus Dr.  
38640 Goslar (DE)

(74) Vertreter: Revesz, Veronika

METALLGESELLSCHAFT AG,  
Abteilung Patente, A-VRP,  
c/o LURGI AG,  
Lurgiallee 5  
60295 Frankfurt/Main (DE)

(54) Verfahren zum Erzeugen von Weinsäure aus einem Kaliumhydrogentartrat enthaltenden Rohmaterial

(57) Das Kaliumhydrogentartrat (KHT) enthaltende Rohmaterial wird in einer ersten Umsetzungsstufe mit wäßriger Kalilauge verrührt, wobei man KHT praktisch vollständig zu Dikaliumtartrat (DKT) umsetzt. Die DKT enthaltende wäßrige Lösung wird in einer Fällungsstufe mit zudosierter Säure bei einem pH-Wert von 2,0 bis 5,0 verrührt und eine auskristallisierte KHT enthaltende Suspension erzeugt. Aus der Suspension trennt man auskristallisiertes KHT ab, wäscht es mit Wasser und erzeugt eine zu mindestens 80 Gew.-% mit KHT gesättigte Lösung. Aus dieser Lösung entfernt man Kalium, und man erhält eine wäßrige Weinsäure-Produktlösung, aus der man Wasser mindestens teilweise entfernt.



EP 0 965 576 A1

hälter (22) auf, der ebenfalls mit einem Heizmantel (22a) versehen ist. Im Behälter (22) löst man die Kristalle zweckmäßigerweise bei Temperaturen von 70 bis 95°C in Wasser auf, das man aus der Leitung (23) her-  
 5 anführt. Durch die Leitung (24) führt man dem Behälter (22) gleichzeitig Weinsäure-Lösung zu. Man zieht aus dem Rührbehälter in der Leitung (25) eine weitgehend gesättigte KHT-Lösung ab und führt sie zunächst durch eine Entfärbungsbehandlung (29), zum Beispiel ein  
 10 Aktivkohlebett, und dann durch den Kationenaustauscher (26), welcher die K<sup>+</sup>-Ionen bindet. Auf diese Weise erzeugt man eine schon weitgehend gereinigte Weinsäure-Lösung, die neben Wasser üblicherweise aus 10 bis 20 Gew.-% Weinsäure besteht. Diese Lösung zieht man in der Leitung (27) ab, führt einen Teil  
 15 in der Leitung (24) zurück in den Behälter (22) und zieht die restliche Weinsäure-Lösung durch die Leitung (28) ab. Wenn der Kationenaustauscher (26) beladen ist, wird er zum Beispiel mit Schwefelsäure oder Salzsäure regeneriert, wie es bekannt und üblich ist.

[0012] Falls eine hoch gereinigte Weinsäure angestrebt wird, führt man die Lösung der Leitung (28) noch durch einen Anionenaustauscher (30), der im Anfangs-  
 20 zustand mit Weinsäure beladen ist. Dieser Anionenaustauscher bindet restliche Anionen, zum Beispiel Sulfat- oder Chloridionen. Die Weinsäure-Lösung fließt durch die Leitung (28) zu einer konventionellen Eindampfung (35), um Wasser zu entfernen. Das dabei gebildete wäßrige Kondensat zieht man in der Leitung (32) ab und führt es zurück durch die Leitungen (19) und (23),  
 25 wie das bereits erläutert wurde. Aus der Eindampfung gewinnt man eine Weinsäure-Lösung, die üblicherweise zu 50 bis 60 Gew.-% aus Weinsäure besteht und in der Leitung (33) abgezogen wird. Ein Teilstrom dieser Lösung, den man in der Leitung (34) abzweigt, kann zur  
 30 Leitung (16) zurückgeführt und in den Fällungsbehälter (15) gegeben werden. Die restliche Lösung gibt man einer ebenfalls konventionellen Kristallisation (37) auf und zieht kristallisierte Weinsäure in der Leitung (36) ab. Eine Waschung, Trocknung und Mahlung dieser  
 35 Weinsäure aus der Leitung (36) kann sich anschließen, was aber zur Vereinfachung nicht dargestellt wurde.

[0013] Eine Alternative zur erläuterten Verfahrensführung besteht darin, daß man den Kationenaustauscher (26) durch eine an sich bekannte Elektrolyse ersetzt,  
 40 welche die KHT-Lösung aus der Leitung (25) nach Umsetzung mit KOH zu einer DKT-Lösung elektrolytisch in eine Weinsäure-Lösung und eine KOH-Lösung aufspaltet. Die hierbei gewonnene KOH-Lösung kann  
 45 zumindest teilweise zurück in den Rührbehälter (2) gegeben werden. Die gewonnene Weinsäure-Lösung fällt in der Leitung (27) an und wird in der zuvor beschriebenen Weise weiterbehandelt.

#### Beispiel:

[0014] Im Labormaßstab wird Hefe aus der Weinproduktion mit einem KHT-Gehalt von 10 Gew.-% im Behäl-

ter (2) pro kg mit 2,5 kg Wasser und wäßriger KOH-Lösung (10 Gew.-% KOH) intensiv verrührt, wobei die Temperatur bei 70°C liegt. Das Gewichtsverhältnis der  
 5 Zugaben an gesamtem Wasser und Hefe beträgt 2,7:1, durch die KOH-Lösung wird der pH-Wert der Suspension auf 8,0 eingestellt. Um die vollständige Umwandlung von KHT zu DKT zu erreichen, wird 1 Stunde lang gerührt.

[0015] In einer keramischen Mikrofiltration (5) trennt man bei einem Transmembrandruck von 6 bar bei 70°C  
 10 aus der Suspension die Feststoffe ab, wobei ein Filterkuchen mit 30 Gew.-% Trockensubstanz entsteht. Das Permeat der Filtration, die partikelfreie DKT-Lösung, weist einen DKT-Gehalt von 10 Gew.-% auf. Dieses Permeat wird auf 15°C gekühlt und dann unter Rühren im  
 15 Behälter (15) mit soviel reiner Weinsäure versetzt, bis der pH-Wert 3,5 erreicht wird. Es entsteht eine gesättigte KHT-Lösung, wobei gleichzeitig KHT kristallin ausfällt.

[0016] Die abfiltrierten KHT-Kristalle werden mehrmals mit destilliertem Wasser gewaschen und dann im Behälter (22) auf 80°C erhitzt, wobei eine gesättigte  
 20 KHT-Lösung mit 44 g/l KHT entsteht. Die kristallfreie gesättigte Lösung wird über eine Aktivkohlesäule (29) geführt und dadurch entfärbt. Zur Entfernung der Kalium-Ionen leitet man die entfärbte Lösung über einen stark sauren Kationenaustauscher (26) und erhält  
 25 eine gereinigte wäßrige Weinsäure-Lösung, die zur Aufkonzentrierung, Eindampfung und Kristallisation in an sich bekannter Weise geeignet ist.

#### Patentansprüche

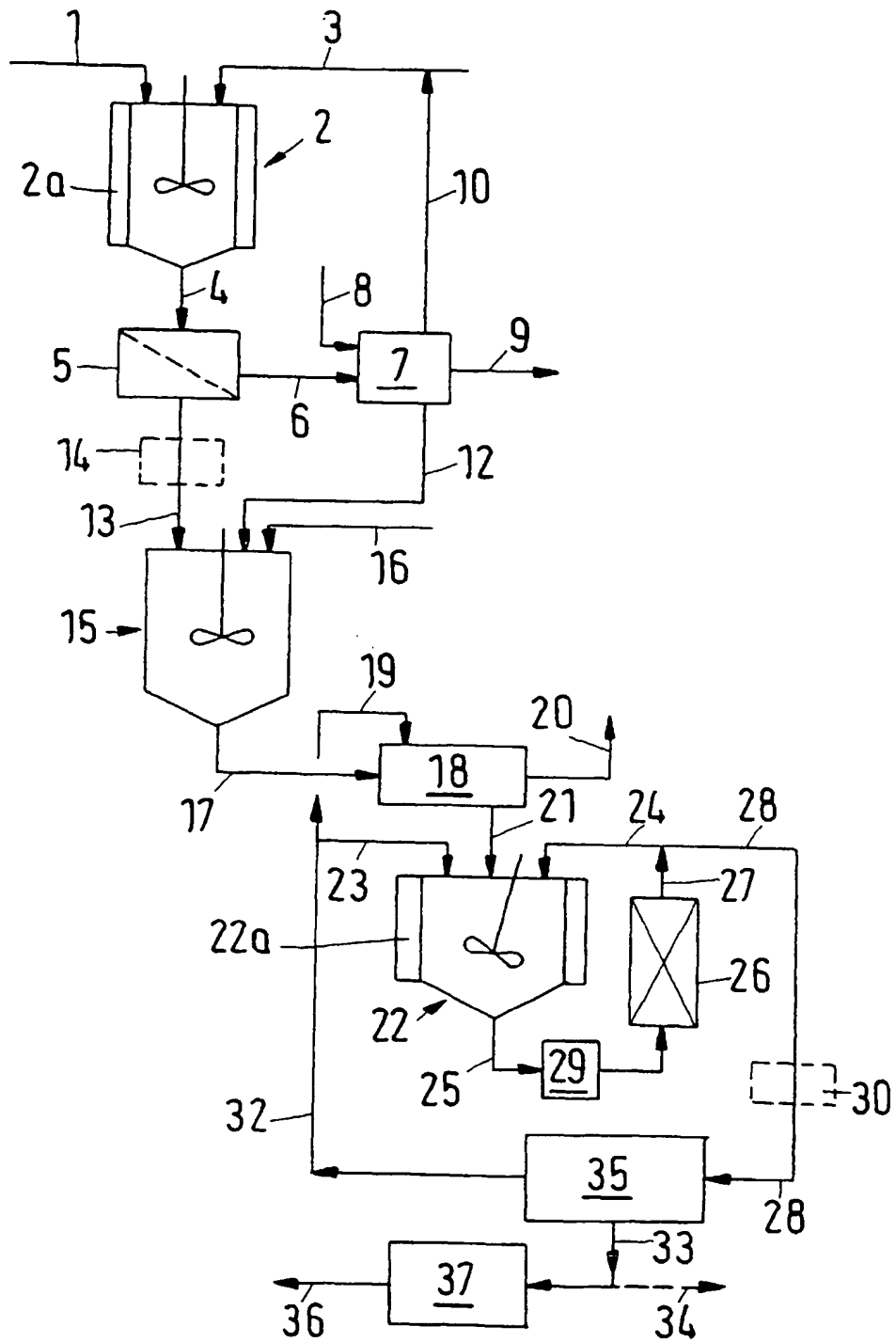
1. Verfahren zum Erzeugen von Weinsäure aus einem Rohmaterial, dessen Trockensubstanz zu mindestens 5 Gew.-% aus Kaliumhydrogentartrat (KHT) besteht, dadurch gekennzeichnet,

a) daß man das Rohmaterial in einer ersten Umsetzungsstufe mit wäßriger Kalilauge verrührt und dabei KHT praktisch vollständig zu Dikaliumtartrat (DKT) umsetzt,

b) daß man aus der ersten Umsetzungsstufe eine DKT enthaltende erste wäßrige Lösung abzieht, Verunreinigungen entfernt und die erste Lösung in einer Fällungsstufe mit zudosierter Säure bei einem pH-Wert von 2,0 bis 5,0 verrührt und eine auskristallisierte KHT enthaltende Suspension erzeugt,

c) daß man aus der Suspension auskristallisiertes KHT abtrennt, mit Wasser wäscht und eine zu mindestens 80 Gew.-% mit KHT gesättigte zweite wäßrige Lösung erzeugt,

d) und daß man aus der zweiten wäßrigen Lösung Kalium entfernt, eine wäßrige Wein-



**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT  
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 99 10 8046

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.  
 Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

21-09-1999

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 264005	C		KEINE	
US 1945246	A	30-01-1934	KEINE	
DE 1277215	B		FR 1430844 A GB 1030969 A	23-05-1966
US 2303604	A	01-12-1942	KEINE	

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82